

JP2001240435A

2001-9-4

## Bibliographic Fields

## Document Identity

(19)【発行国】  
日本国特許庁(JP)  
(12)【公報種別】  
公開特許公報(A)  
(11)【公開番号】  
特開2001-240435(P2001-240435  
A)  
(43)【公開日】  
平成13年9月4日(2001. 9. 4)

(19) [Publication Office]  
Japan Patent Office (JP)  
(12) [Kind of Document]  
Unexamined Patent Publication (A)  
(11) [Publication Number of Unexamined Application]  
Japan Unexamined Patent Publication 2001- 240435 (P2001-  
240435A)  
(43) [Publication Date of Unexamined Application]  
Heisei 13\*September 4\* (2001.9.4)

## Public Availability

(43)【公開日】  
平成13年9月4日(2001. 9. 4)

(43) [Publication Date of Unexamined Application]  
Heisei 13\*September 4\* (2001.9.4)

## Technical

(54)【発明の名称】  
合わせガラス用中間膜及び合わせガラス  
(51)【国際特許分類第7版】  
C03C 27/12  
C08K 5/098  
C08L 29/14  
C09J129/14  
// C08J 5/18 CEZ  
(C08L 29/14  
71:02 )  
【FI】  
C03C 27/12 D  
C08K 5/098  
C08L 29/14  
C09J129/14  
C08J 5/18 CEZ  
(C08L 29/14  
71:02 )  
【請求項の数】  
2

(54) [Title of Invention]  
interlayer for laminated glass and laminated glass  
(51) [International Patent Classification, 7th Edition]  
C03C27/12  
C08K5/098  
C08L29/14  
C09J129/14  
//C08J5/18CEZ  
(C08L29/14  
71:02)  
[FI]  
C03C27/12D  
C08K5/098  
C08L29/14  
C09J129/14  
C08J5/18CEZ  
(C08L29/14  
71:02)  
[Number of Claims]  
2

JP2001240435A

2001-9-4

【出願形態】

OL

【全頁数】

7

【テーマコード(参考)】

4F0714G0614J0024J040

【Fターム(参考)】

4F071 AA30 AA47 AA80 AC05 AC09 AH1  
9 BC01 BC02 BC12 CA01 CB06 CD01 4G0  
61 AA04 AA29 BA02 CB03 CB19 CD18 4J  
002 BE061 CH022 ED036 EG027 EG057 4J  
040 DD071 EE012 HA08 HB15 MA05

Filing

【審査請求】

未請求

(21)【出願番号】

特願2000-51665(P2000-51665)

(22)【出願日】

平成12年2月28日(2000. 2. 28)

Parties

Applicants

(71)【出願人】

【識別番号】

000002174

【氏名又は名称】

積水化学工業株式会社

【住所又は居所】

大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号

Inventors

(72)【発明者】

【氏名】

坂東 明彦

【住所又は居所】

滋賀県甲賀郡水口町泉1259 積水化学工業  
株式会社内

Abstract

(57)【要約】

[Form of Application]

OL

[Number of Pages in Document]

7

[Theme Code (For Reference)]

4F0714G0614J0024J040

[F Term (For Reference)]

4F071AA30AA47AA80AC05AC09AH19BC 01BC 02BC  
12CA01CB06CD 014G061AA04AA29BA 02CB03CB19CD  
184J002BE061CH022ED036EG 027EG  
0574J040DD071EE012HA08HB15MA05

[Request for Examination]

Unrequested

(21) [Application Number]

Japan Patent Application 2000- 51665 (P2000- 51665)

(22) [Application Date]

2000 February 28\* (2000.2.28)

(71) [Applicant]

[Identification Number]

000002174

[Name]

Sekisui Chemical Co. Ltd. (DB 69-053-6024)

[Address]

Osaka Prefecture Osaka City Kita-ku Nishi Tenma 2-4-4

(72) [Inventor]

[Name]

Bando, Akihiko

[Address]

Shiga Prefecture Koka-gun Mizuguchi-cho Izumi  
1259Sekisui Chemical Co. Ltd. (DB 69-053-6024) \*

(57) [Abstract]

JP2001240435A

2001-9-4

## 【課題】

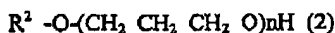
帯電防止性に優れた合わせガラスを得るのに適する合わせガラス用中間膜及び合わせガラスを提供する。

## 【解決手段】

ブチラール化度が 62~72mol%である可塑化ポリビニルブチラール樹脂からなる合わせガラス用中間膜であって、前記可塑化ポリビニルブチラール樹脂は、ポリビニルブチラール樹脂 100重量部に対して、下記一般式(1)で表される化合物を 0.05~3 重量部、下記一般式(2)で表される化合物を 0.05~3 重量部及び炭素数 4~12 のカルボン酸のカルウム塩を 0.005~0.5 重量部添加されてなる合わせガラス用中間膜。



式中、 $R^1$  は、炭素数 1~25 の炭化水素基を表し、 $m$  は、1~20 の整数を表す。



式中、 $R^2$  は、炭素数 1~25 の炭化水素基を表し、 $n$  は、1~20 の整数を表す。

## Claims

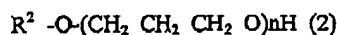
## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

ブチラール化度が 62~72mol%である可塑化ポリビニルブチラール樹脂からなる合わせガラス用中間膜であって、前記可塑化ポリビニルブチラール樹脂は、ポリビニルブチラール樹脂 100重量部に対して、下記一般式(1)で表される化合物を 0.05~3 重量部、下記一般式(2)で表される化合物を 0.05~3 重量部及び炭素数 4~12 のカルボン酸のカルウム塩を 0.005~0.5 重量部添加されてなることを特徴とする合わせガラス用中間膜。



式中、 $R^1$  は、炭素数 1~25 の炭化水素基を表し、 $m$  は、1~20 の整数を表す。

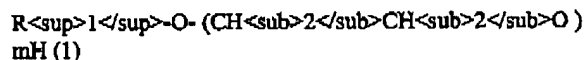


## [Problems to be Solved by the Invention]

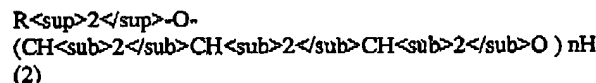
interlayer for laminated glass and laminated glass which are suited in order to obtain laminated glass which is superior in antistatic property are offered.

## [Means to Solve the Problems]

With interlayer for laminated glass which consists of plasticized polyvinyl butyral resin where degree of butyral formation is 62 - 72 mol %, as for aforementioned plasticized polyvinyl butyral resin, compound which is displayed with below-mentioned General Formula (1) vis-a-vis polyvinyl butyral resin 100 parts by weight, with 0.05 - 3 parts by weight, below-mentioned General Formula (2) 0.005 - 0.5 parts by weight being added 0.05 - 3 parts by weight and potassium salt of the carboxylic acid of carbon number 4~12, interlayer for laminated glass, which becomes



In Formula,  $R^{<sup>1</sup>}$  displays hydrocarbon group of carbon number 1~25,  $m$  displays integer 1 - 20.

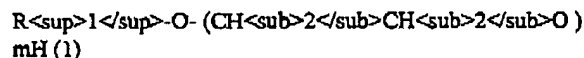


In Formula,  $R^{<sup>2</sup>}$  displays hydrocarbon group of carbon number 1~25,  $n$  displays integer 1 - 20.

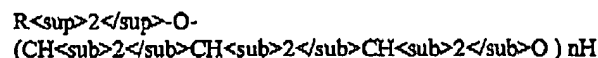
## [Claim (s)]

## [Claim 1]

With interlayer for laminated glass which consists of plasticized polyvinyl butyral resin where degree of butyral formation is 62 - 72 mol %, as for aforementioned plasticized polyvinyl butyral resin, compound which is displayed with below-mentioned General Formula (1) vis-a-vis polyvinyl butyral resin 100 parts by weight, with 0.05 - 3 parts by weight, below-mentioned General Formula (2) 0.005 - 0.5 parts by weight being added 0.05 - 3 parts by weight and potassium salt of the carboxylic acid of carbon number 4~12, interlayer for laminated glass, which designates that it becomes as feature



In Formula,  $R^{<sup>1</sup>}$  displays hydrocarbon group of carbon number 1~25,  $m$  displays integer 1 - 20.



JP2001240435A

2001-9-4

式中、 $R^2$  は、炭素数 1~25 の炭化水素基を表し、 $n$  は、1~20 の整数を表す。

## 【請求項 2】

少なくとも一対のガラス間に請求項 1 記載の合わせガラス用中間膜を介在させ、一体化させてなることを特徴とする合わせガラス。

## Specification

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、合わせガラス用中間膜及びそれを用いてなる合わせガラスに関する。

【0002】

## 【従来の技術】

一対のガラス板間に中間膜が挟着されてなる合わせガラスは、衝撃を受けて破損する際、破片が飛散せず安全性に優れているため、車両、航空機、建築物等の窓ガラス等に広く使用されている。

【0003】

こうした合わせガラス用の中間膜のうち、可塑剤の添加により可塑化されたポリビニルブチラル樹脂からなる中間膜は、ガラスとの優れた接着性、強靱な引っ張り強度及び高い透明性を兼ね備えており、この中間膜を用いて得られる合わせガラスは、特に、車両用窓ガラスとして好適である。

【0004】

上記の可塑化ポリビニルブチラル樹脂からなる合わせガラス用中間膜は、表面抵抗が  $10^{13} \Omega / \text{cm}^2$  程度で、一般に帯電しにくく、また、ガラス板の間に挟み込んで使用するので、帯電防止性能について考慮されることは少なかった。

【0005】

これに対し、近年では、品質に対する要求が厳しくなり、静電気による埃や異物等の付着が問題となり、優れた帯電防止性能を有する合わせガラス用中間膜が要望されている。

【0006】

(2)

In Formula,  $R^{2\text{sup}}$  displays hydrocarbon group of carbon number 1~25,  $n$  displays integer 1 - 20.

## 【Claim 2】

At least interlayer for laminated glass which between glass of pair is stated in Claim 1 lying between, integration doing, laminated glass . which designates that it becomes as feature

## 【Description of the Invention】

【0001】

## 【Technological Field of Invention】

this invention regards laminated glass which becomes making use of interlayer for laminated glass and that.

【0002】

## 【Prior Art】

interlayer film sandwiching being done between glass sheet of pair , as for laminated glass which becomes, receiving impact , when breakage doing, fragment does not do and scatter because it is superior in the safety , is widely used for vehicle , airplane , construction or other window glass etc.

【0003】

laminated glass where interlayer film which consists of polyvinyl butyral resin which is plasticized among interlayer film of such laminated glass , by addition of the plasticizer adhesiveness , tough tensile strength where glass is superior and has held high transparency , is acquired making use of this interlayer film is ideal especially, as the window glass for vehicle .

【0004】

As for interlayer for laminated glass which consists of above-mentioned plasticized polyvinyl butyral resin , the surface resistance to be difficult to do at  $10^{13} \Omega / \text{cm}^2$  extent, static charge generally, in addition, inserting between glass sheet , because you use, it was few to be considered concerning static prevention performance ,

【0005】

Vis-a-vis this, recently, request for quality becomes harsh, dust or foreign matter or other deposit becomes problem with static electricity , interlayer for laminated glass which possesses static prevention performance which is superior is demanded.

【0006】

JP2001240435A

2001-9-4

しかしながら、従来の透明プラスチックに広く利用されているような帯電防止法を合わせガラス用中間膜に適用すると、合わせガラス用中間膜とガラスとの接着性や、透明性、耐久性等が損なわれるため、適当な組み合わせが見つからなかった。

【0007】

上記の問題を解決するために、特開平 7-223849 号公報には、帯電防止剤が練りこまれているか、塗布されている合わせガラス用中間膜が開示されているが、耐湿性、接着性等の膜の基本物性に影響を与える可能性が大きいという問題点があった。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記に鑑み、透明性、耐光性、耐候性、耐衝撃性、接着性等の合わせガラスに必要な基本性能を損なうことなく、かつ、湿度の高い雰囲気中に置かれた場合でも合わせガラス周縁部に剥離や白化を起こすことが少なく、帯電防止性に優れた合わせガラスを得るのに適する合わせガラス用中間膜及び合わせガラスを提供することを目的とする。

【0009】

【課題を解決するための手段】

本発明は、ブチラール化度が 62~72mol%である可塑化ポリビニルブチラール樹脂からなる合わせガラス用中間膜であって、上記可塑化ポリビニルブチラール樹脂は、ポリビニルブチラール樹脂 100 重量部に対して、下記一般式(1)で表される化合物を 0.05~3 重量部、下記一般式(2)で表される化合物を 0.05~3 重量部及び炭素数 4~12 のカルボン酸のカリウム塩を 0.005~0.5 重量部添加してなる合わせガラス用中間膜である。



式中、 $R^1$  は、炭素数 1~25 の炭化水素基を表し、 $m$  は、1~20 の整数を表す。



But, when kind of antistatic method which is widely utilized in conventional transparent plastic is applied to interlayer for laminated glass, because adhesiveness and transparency, durability etc of interlayer for laminated glass and glass are impaired, suitable combination had not been found.

【0007】

In order to solve above-mentioned problem, antistatic agent kneads in the Japan Unexamined Patent Publication Hei 7-223849 disclosure and has been troubled or interlayer for laminated glass which application is done is disclosed, but there was a problem that possibility which produces effect on basic property of moisture resistance, adhesiveness or other film is large.

【0008】

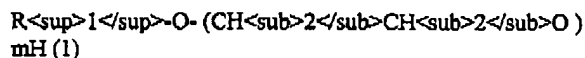
【Problems to be Solved by the Invention】

You consider this invention, on description above, without impairing the basic performance which is necessary for transparency, light resistance, weather resistance, impact resistance, adhesiveness or other laminated glass, at same time, it designates that interlayer for laminated glass and laminated glass which are suited in order to obtain laminated glass where it is few, are superior in antistatic property even when it is placed in atmosphere where humidity is high to cause exfoliation and whitening in laminated glass periphery are offered as objective.

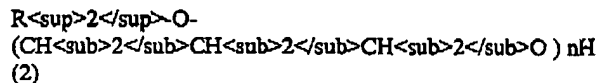
【0009】

【Means to Solve the Problems】

As for this invention, with interlayer for laminated glass which consists of plasticized polyvinyl butyral resin where the degree of butyral formation is 62 - 72 mol %, as for above-mentioned plasticized polyvinyl butyral resin, compound which is displayed compound which is displayed with the below-mentioned General Formula (1) vis-a-vis polyvinyl butyral resin 100 parts by weight, with 0.05 - 3 parts by weight, below-mentioned General Formula (2) 0.005 - 0.5 parts by weight adding 0.05 - 3 parts by weight and potassium salt of carboxylic acid of carbon number 4~12, it is a interlayer for laminated glass which becomes.



In Formula,  $R^{<sup>1</sup>}$  displays hydrocarbon group of carbon number 1~25,  $m$  displays integer 1 - 20.



JP2001240435A

2001-9-4

式中、 $R^2$  は、炭素数 1~25 の炭化水素基を表し、 $n$  は、1~20 の整数を表す。

以下に、本発明を詳述する。

【0010】

本発明の合わせガラス用中間膜は、ブチラール化度が 62~72mol%である可塑化ポリビニルブチラール樹脂からなる。

上記可塑化ポリビニルブチラール樹脂のブチラール化度が 62mol%未満であると、得られる合わせガラス用中間膜の吸水性が高くなり、白化が起こりやすくなる。

72mol%を超えると、得られる合わせガラス用中間膜の機械的強度が低下するので、これを用いた合わせガラスの耐貫通強度が低下する。

上記可塑化ポリビニルブチラール樹脂のブチラール化度は、好ましくは、63.5~70mol%である。

【0011】

上記可塑化ポリビニルブチラール樹脂を構成するポリビニルブチラール樹脂の製造方法としては特に限定されず、公知の方法を採用することができるが、例えば、ポリビニルアルコールを熱水に溶解し、得られた水溶液を 10~20 deg C に保持しておいて、これにブチラルデヒドと酸触媒を加えてアセタール化を進行させ、次いで、反応液を 70 deg C に昇温して保持した後、中和、水洗及び乾燥の諸行程を経てポリビニルブチラール樹脂粉末を得る方法等が挙げられる。

【0012】

ポリビニルブチラール樹脂の原料に用いられるポリビニルアルコールとしては特に限定されないが、平均重合度 1000~2500 のものが好ましい。

ポリビニルアルコールの平均重合度が 1000 未満であると、得られる合わせガラス用中間膜の強度が低下するので、これを用いた合わせガラスの耐貫通強度や衝撃エネルギー吸収性が低下することがある。

平均重合度が 2500 を超えると、得られる合わせガラス用中間膜の強度が強くなりすぎて、合わせガラスとしたときの耐貫通性や衝撃エネルギー吸収性が不十分となることがある。

【0013】

In Formula,  $R^{<sup>2</sup>}$  displays hydrocarbon group of carbon number 1~25,  $n$  displays integer 1 - 20.

Below, this invention is detailed.

【0010】

interlayer for laminated glass of this invention consists of plasticized polyvinyl butyral resin where degree of butyral formation is 62 -72 mol %.

When degree of butyral formation of above-mentioned plasticized polyvinyl butyral resin is under 62 mol %, the water absorbancy of interlayer for laminated glass which is acquired becomes high, whitening becomes easy to happen.

When it exceeds 72 mol %, because mechanical strength of interlayer for laminated glass which is acquired decreases, penetration strength of laminated glass which uses this decreases.

degree of butyral formation of above-mentioned plasticized polyvinyl butyral resin is preferably , 63.5~70mol %.

【0011】

As manufacturing method of polyvinyl butyral resin which configuration does above-mentioned plasticized polyvinyl butyral resin especially it cannot be limited, can adopt known method , but keeping aqueous solution which melts for example poly vinyl alcohol in hot water , acquires in 10 -20 deg C, in this advancing acetalization including butyl aldehyde and the acid catalyst , next, temperature rise designating reaction mixture as 70 deg C, after keeping, neutralization, Passing by distance of water washing and drying , you can list method etc which obtains polyvinyl butyral resin powder .

【0012】

As poly vinyl alcohol which is used for starting material of polyvinyl butyral resin especially it is not limited. Those of average degree of polymerization 1000~2500 are desirable.

When average degree of polymerization of poly vinyl alcohol is under 1000, because strength of the interlayer for laminated glass which is acquired decreases, there is a penetration strength of laminated glass which uses this and times when impact energy absorption decreases.

When average degree of polymerization exceeds 2500, strength of interlayer for laminated glass which is acquired becomes too strong, when making laminated glass , there are times when the penetration resistance and impact energy absorption become unsatisfactory .

【0013】

JP2001240435A

2001-9-4

上記ポリビニルアルコールは、ポリ酢酸ビニルをけん化して得られるものである。

得られる合わせガラス用中間膜の透明性、耐熱性、耐光性を良好にするためには、上記ポリビニルアルコールのけん化度は、95mol%以上であることが好ましい。

【0014】

本発明の合わせガラス用中間膜において、可塑化ポリビニルブチラル樹脂は、ポリビニルブチラル樹脂 100 重量部に対して、一般式(1)で表される化合物を 0.05~3 重量部、一般式(2)で表される化合物を 0.05~3 重量部及び炭素数 4~12 のカルボン酸のカリウム塩を 0.005~0.5 重量部添加してなる。

【0015】

本発明の合わせガラス用中間膜において、上記一般式(1)で表される化合物は、膜中で静電気(電荷)を分散、伝導させ、帯電性を防ぐ効果を有している。

上記一般式(1)で表される化合物の炭化水素基( $R^1$ )の炭素数が 25 を超えると、得られる合わせガラス用中間膜の表面に過剰のブリード現象が起こり、接着力に悪影響を及ぼし、かつ、帯電防止効果が低下する。

上記一般式(1)で表される化合物において、 $R^1$ の炭素数は、好ましくは、4~20 である。

また、 $m$  の値が 20 を超えると、得られる合わせガラス用中間膜の耐湿性が低下する。

$m$  の値は、好ましくは、2~10 である。

【0016】

上記一般式(1)で表される化合物としては、例えば、ドデシロキシジエチレングリコール、ドデシロキシトリエチレングリコール、メトキシテトラエチレングリコール、ペンチロキシヘキサエチレングリコール、3,3-ジプロピルブトキシテトラエチレングリコール、2,2-ジエチルブトキシテトラエチレングリコール、フェノキシヘキサエチレングリコール、1,5-ジエチルフェノキシオクタエチレングリコール等が挙げられる。

これらは単独で用いられてもよく、2 種類以上が併用されてもよい。

Above-mentioned poly vinyl alcohol, saponification doing polyvinyl acetate, is something which is acquired.

In order to make transparency, heat resistance, light resistance of interlayer for laminated glass which is acquired satisfactory, as for degree of saponification of above-mentioned poly vinyl alcohol, it is desirable to be 95 mol % or more.

【0014】

In interlayer for laminated glass of this invention, plasticized polyvinyl butyral resin becomes compound which is displayed with General Formula (1) vis-a-vis the polyvinyl butyral resin 100 parts by weight, with 0.05 - 3 parts by weight, General Formula (2) 0.005 - 0.5 parts by weight adding 0.05 - 3 parts by weight and potassium salt of carboxylic acid of carbon number 4~12.

【0015】

In interlayer for laminated glass of this invention, compound which is displayed with the above-mentioned General Formula (1) in film static electricity (electric charge) dispersing and conducting, it has possessed effect which prevents electrostatic property.

When carbon number of hydrocarbon group ( $R^{1<sup>1</sup>}$ ) of compound which is displayed with above-mentioned General Formula (1) exceeds 25, bleed phenomenon of excess happens in surface of interlayer for laminated glass which is acquired, adverse effect is caused to adhesion strength, at same time, antistatic effect decreases.

carbon number of  $R^{1<sup>1</sup>}$  is preferably, 4~20 in compound which is displayed with above-mentioned General Formula (1).

In addition, when value of  $m$  exceeds 20, moisture resistance of the interlayer for laminated glass which is acquired decreases.

Value of  $m$  is preferably, 2~10.

【0016】

You can list for example dodecyloxy diethylene glycol, dodecyloxy triethylene glycol, methoxy tetraethylene glycol, pentoxy hexaethylene glycol, 3, 3- dipropyl butoxy tetraethylene glycol, 2, 2- diethyl butoxy tetraethylene glycol, phenoxy hexaethylene glycol, 1, 5- diethyl phenoxy octaethylene glycol etc as compound which is displayed with the above-mentioned General Formula (1).

These may be used with alone, 2 kinds or more may be jointly used.

JP2001240435A

2001-9-4

【0017】

上記一般式(1)で表される化合物の添加量が、ポリビニルブチラール樹脂 100 重量部に対して 0.05 重量部未満であると、帯電防止効果が低下する。

3 重量部を超えると、得られる合わせガラス用中間膜の耐湿性が低下する。

好ましくは、ポリビニルブチラール樹脂 100 重量部に対して 0.1~2 重量部である。

【0018】

上記一般式(2)で表される化合物は、一般式(1)で表される化合物と相互作用し、その帯電防止効果を増加させる役割を担う。

上記一般式(2)で表される化合物の炭化水素基( $R^2$ )の炭素数が 25 を超えると、得られる合わせガラス用中間膜の表面に過剰のブリード現象が起こり、接着力に悪影響を及ぼし、かつ、帯電防止効果が低下する。

一般式(2)で表される化合物において、 $R^2$  の炭素数は、好ましくは、4~20 である。

また、 $n$  の値が 20 を超えると、得られる合わせガラス用中間膜の耐湿性が低下する。

$n$  の値は、好ましくは、2~10 である。

【0019】

上記一般式(2)で表される化合物としては、例えば、ドデシロキシトリプロピレングリコール、メトキシテトラプロピレングリコール、ペンチロキシヘキサプロピレングリコール、3,3-ジプロピルトキシテトラプロピレングリコール、2,2-ジエチルトキシテトラプロピレングリコール、フェノキシヘキサプロピレングリコール、1,5-ジエチルフェノキシオクタプロピレングリコール等が挙げられる。

これらは単独で用いられてもよく、2 種類以上が併用されてもよい。

【0020】

上記一般式(2)で表される化合物の添加量が、ポリビニルブチラール樹脂 100 重量部に対して 0.05 重量部未満であると、帯電防止効果が低下する。

3 重量部を超えると、得られる合わせガラス用中間膜の耐湿性が低下する。

【0017】

When addition quantity of compound which is displayed with the above-mentioned General Formula (1), is under 0.05 parts by weight vis-a-vis polyvinyl butyral resin 100 parts by weight, the antistatic effect decreases.

When it exceeds 3 parts by weight, moisture resistance of interlayer for laminated glass which is acquired decreases.

They are 0.1 - 2 parts by weight vis-a-vis preferably, polyvinyl butyral resin 100 parts by weight.

【0018】

compound and interaction which are displayed with General Formula (1) it does compound which is displayed with above-mentioned General Formula (2), the antistatic effect it bears role which increases.

When carbon number of hydrocarbon group ( $R^{2\text{sup>2</sup>}}$ ) of compound which is displayed with above-mentioned General Formula (2) exceeds 25, bleed phenomenon of excess happens in surface of interlayer for laminated glass which is acquired, adverse effect is caused to adhesion strength, at same time, antistatic effect decreases.

carbon number of  $R^{2\text{sup>2</sup>}}$  is preferably, 4~20 in compound which is displayed with General Formula (2).

In addition, when value of  $n$  exceeds 20, moisture resistance of the interlayer for laminated glass which is acquired decreases.

Value of  $n$  is preferably, 2~10.

【0019】

You can list for example dodecyloxy tripropylene glycol, methoxy tetra propylene glycol, pentoxy hexa propylene glycol, 3, 3- dipropyl butoxy tetra propylene glycol, 2, 2- diethyl butoxy tetra propylene glycol, phenoxy hexa propylene glycol, 1, 5- diethyl phenoxy octa propylene glycol etc as compound which is displayed with the above-mentioned General Formula (2).

These may be used with alone, 2 kinds or more may be jointly used.

【0020】

When addition quantity of compound which is displayed with the above-mentioned General Formula (2), is under 0.05 parts by weight vis-a-vis polyvinyl butyral resin 100 parts by weight, the antistatic effect decreases.

When it exceeds 3 parts by weight, moisture resistance of interlayer for laminated glass which is acquired decreases.



JP2001240435A

2001-9-4

好ましくは、ポリビニルブチラール樹脂 100 重量部に対して 0.1~2 重量部である。

[0021]

本発明の合わせガラス用中間膜に用いられる、上記炭素数 4~12 のカルボン酸のカリウム塩は、膜中で静電気(電荷)を分散、伝導させて帯電を防ぐ効果を有している。

[0022]

上記カルボン酸のカリウム塩において、カルボン酸の炭素数が 4 未満であると、膜中で粒子の凝集が起こり、帯電防止効果が低下する。

12 を超えると、カルボン酸のカリウム塩が膜表面に過度に偏析し、接着力の経時変化を引き起こす。

カルボン酸の炭素数は、好ましくは、6~12 である。

[0023]

上記炭素数 4~12 のカルボン酸のカリウム塩としては、例えば、ブタン酸カリウム、イソブチル酸カリウム、2-エチル酪酸カリウム、ヘキサン酸カリウム、2-エチルヘキサン酸カリウム、オクタン酸カリウム、デカン酸カリウム、ドデシル酸カリウム、シユウ酸カリウム、マロン酸カリウム、コハク酸カリウム、グルタル酸カリウム、アジピン酸カリウム等が挙げられる。

これらは単独で用いられてもよく、2 種類以上が併用されてもよい。

[0024]

上記炭素数 4~12 のカルボン酸のカリウム塩の添加量が、ポリビニルブチラール樹脂 100 重量部に対して 0.005 重量部未満であると、帯電防止効果が低下する。

0.5 重量部を超えると、得られる合わせガラス用中間膜の耐湿性が低下する。

好ましくは、ポリビニルブチラール樹脂 100 重量部に対して 0.01~0.3 重量部である。

[0025]

また、本発明の合わせガラス用中間膜に用いられる可塑性ポリビニルブチラール樹脂は、ポリビニルブチラール樹脂が、可塑剤により可塑性されたものである。

上記可塑剤としては特に限定されず、例えば、一塩基酸エステル系、多塩基酸エステル系等の有機エステル系可塑剤;有機リン酸系、有機

They are 0.1 - 2 parts by weight vis-a-vis preferably, polyvinyl butyral resin 100parts by weight .

[0021]

It is used for interlayer for laminated glass of this invention, potassium salt of carboxylic acid of the above-mentioned carbon number 4~12 in film static electricity (electric charge) dispersing and conducting it has possessed effect which prevents static charge .

[0022]

In potassium salt of above-mentioned carboxylic acid, when carbon number of carboxylic acid is under 4, cohesion of particle happens in film, antistatic effect decreases.

When it exceeds 12, potassium salt of carboxylic acid segregation makes excessively film surface, causes change over time of adhesion strength .

carbon number of carboxylic acid is preferably, 6~12.

[0023]

As potassium salt of carboxylic acid of above-mentioned carbon number 4~12, you can list for example potassium butanoate, isobutyl acid potassium, 2-ethylbutyric acid potassium, hexanoic acid potassium, 2-ethyl hexanoic acid potassium, potassium octanoate, decanoic acid potassium, dodecyl acid potassium, potassium oxalate, malonic acid potassium, succinic acid potassium, glutaric acid potassium, potassium adipate etc.

These may be used with alone, 2 kinds or more may be jointly used.

[0024]

When addition quantity of potassium salt of carboxylic acid of above-mentioned carbon number 4~12, is under 0.005 parts by weight vis-a-vis polyvinyl butyral resin 100parts by weight, antistatic effect decreases.

0.5 When it exceeds parts by weight, moisture resistance of interlayer for laminated glass which is acquired decreases.

They are 0.01 - 0.3 parts by weight vis-a-vis preferably, polyvinyl butyral resin 100parts by weight .

[0025]

In addition, as for plasticized polyvinyl butyral resin which is used for interlayer for laminated glass of the this invention, polyvinyl butyral resin, is something which is plasticized by plasticizer .

As above-mentioned plasticizer especially it is not limited, can list for example monobasic acid ester system and polybasic acid ester type or other organic ester type

JP2001240435A

2001-9-4

亜リン酸系等のリン酸系可塑剤等が挙げられる。

[0026]

上記一塩基酸エステル系可塑剤としては特に限定されず、例えば、トリエチレングリコール、トリプロピレングリコール、テトラエチレングリコール等のグリコールと酪酸、イソ酪酸、カプロン酸、2-エチル酪酸、ヘプタン酸、2-エチルヘキシル酸等の有機酸との反応によって得られたグリコール系エステル等が挙げられる。

[0027]

上記多塩基酸エステル系可塑剤としては特に限定されず、例えば、炭素数 4-8 の直鎖状又は分岐状アルコールとアジピン酸、セバチン酸、アゼライト酸等の有機酸との反応によって得られるエステル等が挙げられる。

上記リン酸系可塑剤としては特に限定されず、例えば、トリブトキシエチルフォスフェート、イソデシルフェニルフォスフェート等が挙げられる。

[0028]

上記各種可塑剤の中でも、例えば、トリエチレングリコールジ-2-エチルブチレート(3GH)、トリエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート(3GO)、トリエチレングリコールジ-n-ヘプタノエート(3G7)、トリエチレングリコールジカプリレート、トリエチレングリコールジ-n-オクタノエート、テトラエチレングリコールジ-2-エチルブチレート、テトラエチレングリコールジ-n-ヘプタノエート、ジヘキシルアジペート、ジベンジルフタレート等が好ましい。

より好ましくは、3GH、3GO、3G7 等である。

上記可塑剤は単独で用いられてもよく、2 種類以上が併用されてもよい。

[0029]

ポリビニルブチラール樹脂に対する可塑剤の添加量としては特に限定されないが、ポリビニルブチラール樹脂 100 重量部に対して、可塑剤 30~70 重量部であることが好ましい。

30 重量部未満であると、ポリビニルブチラール樹脂の可塑化が不十分となることがある。

70 重量部を超えると、合わせガラス用中間膜の機械的強度が低減するので耐衝撃性が劣り、合わせガラス用中間膜とガラスとの接着力が不十分となることがある。

plasticizer ;organic phosphoric acid type , organic phosphorous acid type or other phosphoric acid type plasticizer etc.

[0026]

As above-mentioned monobasic acid ester plasticizer especially it is not limited, it can list for example triethylene glycol , tripropylene glycol , tetraethylene glycol or other glycol and glycol ester etc which is acquired with reaction with butanoic acid , isobutyric acid , caproic acid , 2-ethylbutyric acid , heptanoic acid , 2-ethylhexanoic acid or other organic acid .

[0027]

As above-mentioned polybasic acid ester type plasticizer especially it is not limited, it can list straight or branched alcohol of for example carbon number 4-8 and ester etc which is acquired with reaction with adipic acid , sebacic acid , [azeraito ] acid or other organic acid .

As above-mentioned phosphoric acid type plasticizer especially it is not limited, can list for example tributoxy ethyl phosphate , isodecyl phenyl phosphate etc.

[0028]

for example triethylene glycol -di-2-ethylbutanoate (3 GH ), triethylene glycol -di- 2- ethyl hexanoate (3 GO ), triethylene glycol -di-n- heptanoate (3 G7 ), triethylene glycol dicaprylate , triethylene glycol -di-n- octanoate , tetraethylene glycol -di-2-ethylbutanoate , tetraethylene glycol -di-n- heptanoate , di hexyl adipate , dibenzyl phthalate etc is desirable even in above-mentioned various plasticizer .

It is a more preferably , 3GH, 3GO, 3G7 etc.

Above-mentioned plasticizer may be used with alone , 2 kinds or more may be jointly used.

[0029]

As addition quantity of plasticizer for polyvinyl butyral resin especially it is not limited. Vis-a-vis polyvinyl butyral resin 100parts by weight , it is desirable to be a plasticizer 30~70parts by weight .

When it is under 30 parts by weight , there are times when plasticization of the polyvinyl butyral resin becomes unsatisfactory .

When it exceeds 70 parts by weight , because mechanical strength of interlayer for laminated glass decreases, impact resistance being inferior, there are times when adhesion strength of interlayer for laminated glass and glass becomes

JP2001240435A

2001-9-4

## 【0030】

また、本発明の合わせガラス用中間膜には、その他必要に応じて、ポリビニルブチラール樹脂の劣化を防止するための安定剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、接着力調整剤等の添加剤が本発明の合わせガラス用中間膜の特性を損なわない範囲で添加されてもよい。

## 【0031】

上記安定剤としては特に限定されず、例えば、ラウリル硫酸ナトリウム、アルキルベンゼンスルホン酸等の界面活性剤等が挙げられる。

上記酸化防止剤としては特に限定されず、例えば、*t*-ブチルヒドロキシトルエン(BHT)、テトラキス-[メチレン-3-(3',5'-ジ-*t*-ブチル-4'-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]メタン(チバガイギー社製、商品名:イルガノックス 1010)等が挙げられる。

## 【0032】

上記紫外線吸収剤としては特に限定されず、例えば、2-(2'-ヒドロキシ-5'-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール(チバガイギー社製、商品名:チヌビン P)、2-(2'-ヒドロキシ-3',5'-ジ-*t*-ブチルフェニル)ベンゾトリアゾール(チバガイギー社製、商品名:チヌビン 320)、2-(2'-ヒドロキシ-3'-*t*-ブチル-5'-メチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール(チバガイギー社製、商品名:チヌビン 326)、2-(2'-ヒドロキシ-3',5'-ジ-アミルフェニル)ベンゾトリアゾール(チバガイギー社製、商品名:チヌビン 328)等のベンゾトリアゾール系のもの;アデカアールガス社製の商品名 LA-57 等のヒンダードアミン系のもの等が挙げられる。

## 【0033】

本発明の合わせガラス用中間膜において、膜全体の厚みは、通常の合わせガラス用中間膜としての厚みである0.3~1.6mmが好ましい。

本発明の合わせガラス用中間膜の製造方法としては特に限定されず、例えば、ポリビニルブチラール樹脂、一般式(1)で表される化合物、一般式(2)で表される化合物、炭素数 4~12 のカルボン酸の金属塩、可塑剤及び必要に応じて添加される添加剤をミキシングロールに供給し、混練して得られた混練物を、プレス成形機、カレンダーロール、押し出し機等でシート状に成形することにより、可塑化ポリビニルブチラール樹脂からなる合わせガラス用中間膜を製造することがで

unsatisfactory .

## 【0030】

In addition, in addition it is possible to interlayer for laminated glass of this invention, to be added in range where stabilizer, antioxidant, ultraviolet absorber, adhesion strength regulation agent or other additive in order to prevent the deterioration of according to need, polyvinyl butyral resin does not impair characteristic of interlayer for laminated glass of this invention .

## 【0031】

As above-mentioned stabilizer especially it is not limited, can list for example sodium lauryl sulfate, alkylbenzene sulfonic acid or other surfactant etc.

As above-mentioned antioxidant especially it is not limited, for example *t*-butyl hydroxy toluene (BHT), can list tetrakis - {methylene -3- (3' & apos; , 5' & apos; -di-*t*-butyl -4' & apos; -hydroxyphenyl ) propionate } methane (Ciba-Geigy make and tradename :Irganox 1010 ) etc.

## 【0032】

As above-mentioned ultraviolet absorber especially it is not limited, for example 2- (2' & apos; -hydroxy -5' & apos; -methylphenyl ) benzotriazole (Ciba-Geigy make and tradename :Tinuvin P ), 2 - (2' & apos; -hydroxy -3' & apos; , 5' & apos; -di-*t*-butyl phenyl ) benzotriazole (Ciba-Geigy make and tradename :Tinuvin 320 ), 2 - (2' & apos; -hydroxy -3' & apos; -*t*-butyl -5' & apos; -methylphenyl ) - 5 -chloro benzotriazole (Ciba-Geigy make and tradename :Tinuvin 326 ), 2 - those of (2' & apos; -hydroxy -3' & apos; , 5' & apos; -di-*amyl* phenyl ) benzotriazole (Ciba-Geigy make and tradename :Tinuvin 328 ) or other benzotriazole type ; can list those etc of tradename LA-57 or other hindered amine type of Adeka Argus K.K. (DB 70-137-6469 ) supplied .

## 【0033】

In interlayer for laminated glass of this invention, as for thickness of entire membrane, 0.3 - 1.6 mm which are a thickness as conventional interlayer for laminated glass are desirable.

As manufacturing method of interlayer for laminated glass of this invention especially it is not limited, metal salt, plasticizer and according to need of carboxylic acid of compound, carbon number 4~12 which is displayed with compound, General Formula (2) which is displayed with for example polyvinyl butyral resin, General Formula (1) it supplies the additive which is added to mixing roller, kneads and it can produce interlayer for laminated glass which consists of plasticized polyvinyl butyral resin kneaded substance which is acquired, with such as compression

JP2001240435A

2001-9-4

きる。

【0034】

また、少なくとも一対のガラス板間に、本発明の合わせガラス用中間膜を介在させ、一体化させることにより、合わせガラスを製造することができる。

本発明の合わせガラス用中間膜を用いてなる合わせガラスもまた本発明の1つである。

【0035】

本発明の合わせガラスの製造方法としては特に限定されず、従来用いられている方法を採用することができる。例えば、本発明の合わせガラス用中間膜をその両側からガラス板で挟み込み、この挟着体を真空バッグに入れて、真空にしたままオーブン内で 90 deg C で 30 分間保持し、真空バッグから出した挟着体を、オートクレーブ内で圧力 1.3MPa、温度 140 deg C にて熱圧プレスすることにより透明な合わせガラスを得ることができる。

【0036】

上記ガラス板としては特に限定されず、例えば、フロート板ガラス、磨き板ガラス、型板ガラス、網入り板ガラス、線入り板ガラス、熱線吸収板ガラス、若色された板ガラス等の各種無機ガラス又は有機ガラス等が挙げられる。

これらは単独で用いられてもよく、2 種以上を併用してもよい。

【0037】

本発明の合わせガラス用中間膜は、ガラス以外の剛性の高い透明体で挟着されてもよい。

上記透明体としては、例えば、ポリカーボネート樹脂よりなるもの等が挙げられる。

このような構成体もまた本発明の1つである。

【0038】

本発明の合わせガラス用中間膜及び合わせガラスは、上述のような構成を有することにより、透明性、耐光性、耐候性、耐衝撃性、接着性等の合わせガラスに必要な基本性能を損なわず、かつ、湿度の高い雰囲気中に置かれた場合でも合わせガラス周縁部に剝離や白化を起こすことが少なく、帯電防止性に優れている。

molding machine, calendering roll, extruder forming in sheet by.

【0034】

In addition, at least between glass sheet of pair, it can produce laminated glass by lying between, integration doing interlayer for laminated glass of this invention.

Also laminated glass which becomes making use of interlayer for laminated glass of this invention and is one of this invention.

【0035】

As manufacturing method of laminated glass of this invention sandwich where especially it is not limited, it can adopt method which is used until recently while from both sides inserting inserting, this sandwich in vacuum bag with glass sheet, it designates interlayer for laminated glass of for example this invention as vacuum inside oven with 90 deg C 30 minute it keeps, from vacuum bag puts out, transparent laminated glass can be acquired inside autoclave by hot pressing doing with the pressure 1.3MPa, temperature 140deg C.

【0036】

As above-mentioned glass sheet especially it is not limited, for example float sheet glass, polished sheet glass, mold sheet glass, mesh-containing sheet glass, wire-containing sheet glass, heat absorption sheet glass, it can list sheet glass or other various inorganic glass or organic glass etc which color.

These may be used with alone, to jointly use 2 kinds or more are possible.

【0037】

interlayer for laminated glass of this invention may be done sandwiching with transparent body where the stiffness other than glass is high.

As above-mentioned transparent body, you can list those etc which consist of for example polycarbonate resin.

Also constitution a this way and is one of this invention.

【0038】

interlayer for laminated glass or laminated glass of this invention do not impair basic performance which is necessary for transparency, light resistance, weather resistance, impact resistance, adhesiveness or other laminated glass by possessing configuration an above-mentioned way, at same time, it is few, are superior in antistatic property even with when it is placed in atmosphere where humidity is high to

JP2001240435A

2001-9-4

【0039】

【実施例】

以下に実施例を挙げて本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例のみに限定されるものではない。

【0040】

実施例 1

(ポリビニルブチラル樹脂の合成)イオン交換水 2900 重量部、平均重合度 1700、けん化度 99.2mol%のポリビニルアルコール 198 重量部(ビニルアルコール 4.5mol 相当量)を攪拌装置付き反応器に供給し、攪拌しながら 95 deg C に加熱して溶解した。

この溶液を 30 deg C に冷却し、35 重量%塩酸 208 重量部(2.1mol)と n-ブチルアルデヒド 152 重量部(2.1mol)とを加え、次いで液温を 2 deg C に下げてこの温度を保持し、ポリビニルブチラル樹脂が析出した後、液温を 30 deg C に昇温して 5 時間保持した。

保持した後、炭酸水素ナトリウム 156 重量部(1.8mol)を加えて中和し、水洗及び乾燥を行いブチラル化度 69mol%のポリビニルブチラル樹脂を得た。

【0041】

(合わせガラス用中間膜の作製)得られたポリビニルブチラル樹脂 100 重量部、可塑剤としてトリエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート(3GO)を 39 重量部、2-エチル酪酸マグネシウム(C6Mg)を 0.02 重量部、酢酸マグネシウム(C2Mg)を 0.01 重量部、2-エチルヘキサノ酸カリウム 0.03 重量部、及び、ドデシロキシトリエチレングリコール 0.5 重量部をミキシングロールに供給し、混練して得られた混練物をプレス成形機にて 150 deg C、10MPa の条件で 30 分間プレス成形し、可塑化ポリビニルブチラル樹脂からなる厚さ 0.8mm の合わせガラス用中間膜を得た。

この合わせガラス用中間膜を用いて、下記の方法により、膜の表面抵抗を測定した。

結果を表 3 に示した。

【0042】

(合わせガラスの作製)得られた合わせガラス用中間膜を用いて、一辺が 30cm である正方形の

cause exfoliation and whitening in laminated glass periphery .

【0039】

[Working Example (s)]

Listing Working Example below, furthermore you explain this invention in detail, but this invention is not something where are limited in only these Working Example .

【0040】

Working Example 1

While supplying poly vinyl alcohol 198 parts by weight (vinyl alcohol 4.5mol equivalent amount) of (Synthesis of polyvinyl butyral resin) deionized water 2900 parts by weight, average degree of polymerization 1700, degree of saponification 99.2mol % to stirrer-equipped reactor, agitating heating to 95 deg C, it melted.

It cooled this solution in 30 deg C, lowering liquid temperature to 2 deg C next 35 weight % hydrochloric acid 208 parts by weight (2.1 mol) with including n- butyl aldehyde 152 parts by weight (2.1 mol), it kept this temperature, after the polyvinyl butyral resin precipitated, temperature rise designating liquid temperature as 30 deg C, 5 hours it kept.

After keeping, it neutralized including sodium hydrogen carbonate 156 parts by weight (1.8 mol), did water washing and drying and acquired polyvinyl butyral resin of degree of butyral formation 69mol %.

【0041】

(Production of interlayer for laminated glass) as polyvinyl butyral resin 100 parts by weight, plasticizer which is acquired triethylene glycol di- 2- ethyl hexanoate (3 GO) 0.02 parts by weight, magnesium acetate (C2Mg) 0.01 parts by weight, 2- ethyl hexanoic acid potassium 0.03 parts by weight, and dodecyloxy triethylene glycol 0.5 parts by weight to mixing roller it supplied, kneaded kneaded substance which acquires 39 parts by weight, 2- ethylbutyric acid magnesium (C6Mg) with compression molding machine with condition of 150 deg C, 10MPa 30 minute compression molding it did, interlayer for laminated glass of thickness 0.8mm which consists of plasticized polyvinyl butyral resin it acquired.

Making use of this interlayer for laminated glass, due to below-mentioned method, surface resistance of film was measured.

Result was shown in Table 3 .

【0042】

With float sheet glass 2 of thickness 2.5mm of square where one edge is 30 cm (Production of laminated glass) making

JP2001240435A

2001-9-4

厚み 2.5mm のフロート板ガラス 2 枚で両側から挟着し、この挟着体を真空バッグへ入れ、2.7kPa の真空度で 20 分間保持し、真空状態のまま 90 deg C のオーブンに移し、この温度を 30 分間保持した。

こうして真空プレスにより仮接着した挟着体を、次いでオートクレーブ内で圧力 1.3MPa、温度 150 deg C にて熱圧着し、透明な合わせガラスを作製した。

得られた合わせガラスについて、下記の方法で接着性試験(パンメル試験)、耐湿(耐白化)性試験を行った。

結果を表 3 に示した。

[0043]

(1)接着性(パンメル)試験

合わせガラス用中間膜のガラスに対する接着性は、パンメル値で評価した。

合わせガラスを $-18 \pm 0.6$  deg C の温度に 16 時間放置して調整し、これを頭部が 0.45kg のハンマーで打ってガラスの粒径が 6mm 以下になるまで粉砕した。

ガラスが部分剥離した後の中間膜の露出度を、表 1 に示すように、あらかじめグレード付けした限度見本で判定し、パンメル値とした。

なお、パンメル値は、初期値及び合わせガラスを 50 deg C で 4 週間放置した後の値を測定した。

上記パンメル値が大きいほど、合わせガラス用中間膜とガラスとの接着性が大きく、パンメル値が小さいほど合わせガラス用中間膜とガラスとの接着力も小さい。

[0044]

[表 1]

use of interlayer for laminated glass which is acquired, sandwiching it from both sides, inserted this sandwich to vacuum bag, 20 minute kept with degree of vacuum of 2.7 kPa, while it was a vacuum state it moved to oven of 90 deg C, 30 minute kept this temperature.

In this way, sandwich which temporary adhesion is done, inside autoclave the thermobonding was done next with pressure 1.3MPa, temperature 150deg C with vacuum press, transparent laminated glass was produced.

adhesiveness test (pummel test), humidity resistance (Resistance whitening) characteristic test was done with the below-mentioned method concerning laminated glass which it acquires.

Result was shown in Table 3.

[0043]

(1) adhesiveness (pummel) test

You appraised adhesiveness for glass of interlayer for laminated glass, with pummel value.

- 18 +/- 16 hours leaving laminated glass in temperature of 0.6 deg C, until you adjust, this head portion hit with hammer of 0.45 kg and the particle diameter of glass 6 mm or less ago, powder fragment it did.

As glass partial peeling after doing, shown degree of exposure of interlayer film, in Table 1, it decided with limit sample which grade is done beforehand, made pummel value.

Furthermore, pummel value initial value and laminated glass 4 weeks after leaving, measured value with 50 deg C.

When above-mentioned pummel value is large, adhesiveness of interlayer for laminated glass and glass is large, when pummel value is small, also adhesion strength of the interlayer for laminated glass and glass is small.

[0044]

[Table 1]

JP2001240435A

2001-9-4

中間膜の露出度 (面積%)	パンメル値
100	0
90	1
85	2
80	3
40	4
20	5
10	6
5	7
2以下	8

【0045】

## (2)耐湿(耐白化)性試験

合わせガラスを 80 deg C、相対湿度 95%の環境に 2 週間放置後、取り出してすぐに、合わせガラスの端部からの白化距離(白化している部分の距離)を、測定した。

【0046】

## (3)表面抵抗測定

得られた合わせガラス用中間膜を 24 時間デシケーター内で乾燥させ、表面抵抗測定装置(東亜電波工業社製、DSM-8103)にて表面抵抗を測定した。

【0047】

## 実施例 2

-3、及び、比較例 1-9

表 2 に示されるような配合で、実施例 1 と同様に合わせガラス用中間膜を作製し、表面抵抗を測定した。

また、この合わせガラス用中間膜を用いて、実施例 1 と同様に合わせガラスを作製し、評価を行った。

結果を表 3 に示した。

【0048】

【表 2】

【0045】

## (2) humidity resistance (Resistance whitening) characteristic test

2 weeks leaving later, removing laminated glass to environment of 80 deg C, relative humidity 95%, immediately, it measured whitening distance (whitening distance of portion which has been done) from end of laminated glass .

【0046】

## (3) surface resistance measurement

Drying interlayer for laminated glass which it acquires inside 24 hours dessicator , it measured surface resistance with surface resistance measurement device (Toa Electronics Ltd. (DB 69-060-0192 ) supplied , DSM-8103 ).

【0047】

## Working Example 2

- 3, and Comparative Example 1-9

With kind of combination which is shown in Table 2 , interlayer for laminated glass was produced in same way as Working Example 1, surface resistance was measured.

In addition, it produced laminated glass in same way as Working Example 1 making use of this interlayer for laminated glass , appraised.

Result was shown in Table 3 .

【0048】

【Table 2】

JP2001240435A

2001-9-4

	PVB樹脂 Bu化度 (mol%)	可変部 (変置部)	金属塩			一般式(1)の化合物		一般式(2)の化合物	
			陰イオン 変置部	添加量 (変置部)	K塩	添加量 (変置部)	陰イオン (変置部)	添加量 (変置部)	陰イオン (変置部)
実施例	1	89 (39)	C6Mg 0.02 C2Mg 0.01	2-エチルヘキサノ酸カリウム	0.03	$C_{12}H_{25}-O-(CH_2CH_2O)_2H$	0.5	$C_{18}H_{35}-O-(CH_2CH_2CH_2O)_2H$	0.8
	2	69 (39)	C6Mg 0.01 C2K 0.04	ヘキサノ酸カリウム	0.2	$(C_6H_5)_3C-CH_2CH_2-O--(CH_2CH_2O)_2H$	0.2	$C_8H_{17}-O-(CH_2CH_2CH_2O)_2H$	0.1
	3	55 (39)	C2K 0.12	4デシル酸カリウム	0.01	$Ph-CH_2CH_2-O-(CH_2CH_2O)_2H$	1.0	$(C_6H_5)_3C-CH_2CH_2-O--(CH_2CH_2CH_2O)_2H$	0.05
比較例	1	89 (39)	C6Mg 0.02 C2Mg 0.01	添加せず	—	添加せず	—	添加せず	—
	2	69 (39)	C6Mg 0.02 C2Mg 0.01	添加せず	—	$C_{12}H_{25}-O-(CH_2CH_2O)_2H$	0.5	$C_{18}H_{35}-O-(CH_2CH_2CH_2O)_2H$	0.8
	3	69 (39)	C6Mg 0.02 C2Mg 0.01	プロピオン酸カリウム	0.1	$C_{12}H_{25}-O-(CH_2CH_2O)_2H$	0.5	$C_{12}H_{25}-O-(CH_2CH_2CH_2O)_2H$	0.8
	4	69 (39)	C6Mg 0.02 C2Mg 0.01	ヘキサデカン酸カリウム	0.1	$C_{12}H_{25}-O-(CH_2CH_2O)_2H$	0.5	$C_{12}H_{25}-O-(CH_2CH_2CH_2O)_2H$	0.8
	5	69 (39)	C6Mg 0.02 C2Mg 0.01	2-エチルヘキサノ酸カリウム	0.03	$C_{12}H_{25}-OH$	0.5	$C_{12}H_{25}-O-(CH_2CH_2CH_2O)_2H$	0.8
	6	69 (39)	C6Mg 0.02 C2Mg 0.01	2-エチルヘキサノ酸カリウム	0.03	$C_{12}H_{25}-O-(CH_2CH_2O)_2H$	0.5	$C_{12}H_{25}-O-CH_3$	0.8
	7	89 (39)	C6Mg 0.02 C2Mg 0.01	2-エチルヘキサノ酸カリウム	0.03	$C_{12}H_{25}-O-(CH_2CH_2O)_2H$	0.5	$C_{12}H_{25}-O-(CH_2CH_2CH_2O)_2H$	0.8
	8	69 (39)	C6Mg 0.02 C2Mg 0.01	2-エチルヘキサノ酸カリウム	0.03	$C_{12}H_{25}-O-(CH_2CH_2O)_2H$	0.4	$C_{12}H_{25}-O-(CH_2CH_2CH_2O)_2H$	0.8
	9	69 (39)	C6Mg 0.02 C2Mg 0.01	2-エチルヘキサノ酸カリウム	0.03	$C_{12}H_{25}-O-(CH_2CH_2O)_2H$	0.5	$C_{12}H_{25}-O-(CH_2CH_2CH_2O)_2H$	0.03

【0049】

なお、表 2 中の記載は、以下のとおりである。

PVB 樹脂:ポリビニルブチラール樹脂

Bu 化度:ブチラール化度

3GO:トリエチレングリコール-ジ-2-エチルヘキサノエート

4G7:テトラエチレングリコール-ジ-n-ヘプタノエート

C6Mg:2-エチル酪酸マグネシウム

C2Mg:酢酸マグネシウム

C2K:酢酸カリウム

Phe:フェニル基

【0050】

【表 3】

【0049】

Furthermore, statement in Table 2 is as follows.

PVBresin :polyvinyl butyral resin

Bu degree of conversion:degree of butyral formation

3 GO:triethylene glycol -di- 2- ethyl hexanoate

4 G7:tetraethylene glycol -di-n- heptanoate

C6Mg :2- ethylbutyric acid magnesium

C2Mg :magnesium acetate

C2K:potassium acetate

Phe :phenyl group

【0050】

【Table 3】



JP2001240435A

2001-9-4

		バネル値			耐湿性		表面抵抗	
		初期	4週間後	判定	日化距離 (mm)	判定	測定値 ( $10^{13} \Omega / \text{cm}^2$ )	判定
実施例	1	4	4	○	2	○	0.01	○
	2	5	5	○	4	○	0.01	○
	3	4	3.5	○	5	○	0.01	○
比較例	1	4	4	○	2	○	4.0	×
	2	4	4	○	2	○	0.05	×
	3	4	4	○	10	×	0.05	×
	4	4	4	○	2	○	0.05	×
	5	4	4	○	3	○	0.05	×
	6	4	4	○	3	○	0.05	×
	7	4	4	○	10	×	0.01	○
	8	4	4	○	2	○	0.04	×
	9	4	4	○	2	○	0.05	×

【0051】

表 3 より、実施例で作製した合わせガラス用中間膜は、ガラスとの接着性、耐湿性に優れているので、耐衝撃性及び耐湿性に優れた合わせガラスを作製することができた。

更に、膜の表面抵抗が小さいので、帯電防止性にも優れていた。

一方、比較例で作製した合わせガラス用中間膜は、耐湿性及び帯電防止性の双方において優れるものではなかった。

【0052】

【発明の効果】

本発明の合わせガラス用中間膜は、上述のような構成からなるので、接着性が安定しており、耐湿性に優れ、かつ、帯電防止性にも優れている。

そのため、本発明の合わせガラス用中間膜は、建築用、車両用の合わせガラス用中間膜として好適に用いられる。

【0051】

Because from Table 3, interlayer for laminated glass which is produced with Working Example is superior in adhesiveness, moisture resistance of glass, it was possible to produce the laminated glass which is superior in impact resistance and moisture resistance.

Furthermore, because surface resistance of film is small, it was superior even in antistatic property.

interlayer for laminated glass which on one hand, is produced with Comparative Example was not something which is superior in both parties of moisture resistance and the antistatic property.

【0052】

[Effects of the Invention]

Because interlayer for laminated glass of this invention consists of configuration as above-mentioned way, adhesiveness stabilizes, is superior in moisture resistance, at same time, is superior even in antistatic property.

Because of that, interlayer for laminated glass of this invention is used for ideal as interlayer for laminated glass for construction, vehicle.